

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE  
PARIS

(11) Nº de publication :  
(à n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction)

(21) Nº d'enregistrement national :

2 759 590

97 01729

(51) Int Cl<sup>6</sup> : A 61 L 2/20, A 61 L 2/14

(12)

## DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 14.02.97.

(30) Priorité :

(43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 21.08.98 Bulletin 98/34.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(71) Demandeur(s) : SA MICROONDES ENERGIE SYSTEMES SOCIETE ANONYME — FR.

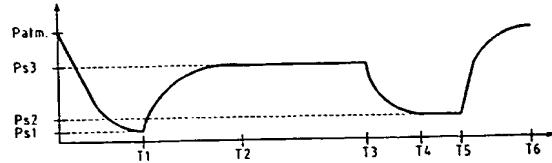
(72) Inventeur(s) : CHOLLET PATRICK, BOUTROY NAIMA, LAPLANCHE ALAIN et CHEVERRY LAJAGTYL CLAIRE.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire(s) : CABINET BEAU DE LOMENIE.

### (54) PROCEDE DE STERILISATION D'UN ECHANTILLON.

(57) Procédé de stérilisation d'un échantillon comprenant au moins un cycle d'étapes dans lesquelles on place un échantillon à stériliser dans une chambre de traitement, on diminue la pression dans la chambre jusqu'à une première pression de seuil (Ps1), on injecte dans ladite chambre un gaz comprenant un agent chimique de décontamination, on réalise une étape d'imprégnation en maintenant l'atmosphère de la chambre à une pression supérieure (Ps3) à la première pression de seuil, on diminue la pression dans la chambre jusqu'à atteindre une deuxième pression de seuil (Ps2), et on réalise une étape de traitement complémentaire par plasma en créant dans la chambre une atmosphère de plasma gazeux. Selon le procédé, on réalise les étapes d'injection et d'imprégnation en utilisant un mélange gazeux comprenant de l'ozone gazeux et de la vapeur d'eau. Avantageusement, ce mélange est obtenu par barbotage d'oxygène gazeux dans une solution aqueuse.



FR 2 759 590 - A1



La présente invention concerne un procédé de stérilisation d'un échantillon comprenant au moins un cycle d'étapes dans lesquelles :

- on place un échantillon à stériliser dans une chambre de traitement sensiblement à la pression atmosphérique,
- 5 - on diminue la pression dans la chambre de traitement jusqu'à atteindre une première pression de seuil,
- on réalise une étape d'injection en injectant dans ladite chambre un gaz comprenant un agent chimique de décontamination,
- on réalise une étape d'imprégnation en maintenant l'atmosphère de 10 la chambre sensiblement à une pression dite "d'imprégnation", supérieure à la première pression de seuil pendant un premier laps de temps déterminé,
- on diminue la pression dans la chambre jusqu'à atteindre une deuxième pression de seuil,
- on réalise une étape de traitement complémentaire par plasma en 15 créant dans la chambre une atmosphère de plasma gazeux et en maintenant cette atmosphère pendant un deuxième laps de temps déterminé.

Le terme "stérilisation" utilisé pour qualifier le procédé de l'invention, s'entend de toute désinfection ou décontamination ayant une action tendant à détruire des micro-organismes contaminant l'échantillon, 20 en particulier des micro-organismes bactériens ou viraux, ou à en limiter ou à en stopper la prolifération. Lors d'une stérilisation, on cherche en général à atteindre une faible probabilité de présence de micro-organismes donnés.

Le terme "échantillon" désigne en général tout objet ou produit à stériliser. En particulier, l'échantillon peut être un instrument chirurgical ou 25 un instrument d'investigation du corps humain, tel qu'une sonde de prélèvement. Comme on le verra dans la suite, l'échantillon peut être disposé tel quel dans la chambre de traitement ou, de préférence, être placé dans une poche "stérile" qui permettra d'éviter l'infection de l'échantillon après la fin de la stérilisation et sa sortie de la chambre de traitement.

Un procédé de ce type est connu par la demande de brevet européen n° 0 278 623, dans laquelle on préconise d'utiliser comme agent chimique de décontamination du peroxyde d'hydrogène. Pour être efficace, ce procédé doit être mis en oeuvre pendant une durée relativement longue. En effet, l'étape d'imprégnation ne peut être réalisée dans de bonnes conditions que si 30 l'on fait en sorte que le peroxyde d'hydrogène soit présent à l'état gazeux dans la chambre de traitement. A une température donnée, la pression de

condensation du peroxyde d'hydrogène est relativement faible, de sorte qu'il n'est possible de préserver l'état gazeux de cette substance qu'en choisissant une pression d'imprégnation faible. Cette pression ne peut être maintenue qu'en injectant une faible quantité de peroxyde d'hydrogène dans la chambre de traitement. Par conséquent, pour que le traitement soit efficace, le temps d'imprégnation nécessaire pour que la faible quantité de peroxyde d'hydrogène présente dans la chambre produise l'effet désiré est relativement long. Ainsi, lorsque dans une chambre de traitement ayant une capacité de 100 litres, on souhaite traiter des échantillons représentant une charge utile d'environ 70 litres, un temps d'imprégnation d'environ 45 à 50 minutes est nécessaire. Compte tenu de la durée des autres étapes du procédé, la stérilisation d'une telle charge utile dure environ 75 minutes.

La présente invention a pour but d'améliorer les procédés connus en faisant en sorte qu'un même degré de stérilisation soit obtenu en un temps beaucoup moins long.

Ce but est atteint grâce au fait que l'on réalise les étapes d'injection et d'imprégnation en utilisant un mélange gazeux comprenant de l'ozone gazeux et de la vapeur d'eau.

On a constaté de manière surprenante que, si l'ozone gazeux seul ne constitue pas un agent chimique de décontamination suffisamment efficace, le mélange de l'ozone avec la vapeur d'eau est en revanche très efficace. De plus, en utilisant un tel mélange gazeux, il est possible de mettre en oeuvre l'étape d'imprégnation en conservant le mélange à l'état gazeux (en évitant sa condensation à l'état liquide) sous une pression d'imprégnation nettement supérieure à celle qui était possible dans le procédé utilisant du peroxyde d'hydrogène comme agent chimique de décontamination. Par conséquent, il est possible d'introduire dans la chambre d'imprégnation une quantité nettement plus importante d'espèces chimiquement actives pour réaliser plus rapidement l'étape d'imprégnation et diminuer la durée totale du procédé.

Eventuellement, le mélange gazeux peut contenir, outre l'ozone gazeux et la vapeur d'eau, au moins un composé gazeux ayant des propriétés oxydantes pour former des radicaux libres. Par exemple, on peut utiliser du peroxyde d'hydrogène pour constituer un tel composé. Même dans ce cas, il est possible de réaliser l'étape d'imprégnation sous une pression nettement plus élevée que celle que l'on devait maintenir dans le procédé connu en faisant simplement en sorte que la quantité du composé gazeux additionnel

soit suffisamment faible pour que sa pression partielle reste compatible avec son maintien à l'état gazeux.

Selon un mode de réalisation particulièrement avantageux, on réalise le mélange gazeux par barbotage d'ozone gazeux dans une solution aqueuse contenue dans une enceinte et on injecte ce mélange dans la chambre par une conduite raccordée à la partie supérieure de l'enceinte au-dessus du niveau de la solution aqueuse.

Cette solution aqueuse peut être constituée par de l'eau, sans additif spécifique. Toutefois, on peut choisir d'utiliser une solution aqueuse contenant au moins un composé (tel que du peroxyde d'hydrogène) ayant des propriétés oxydantes ou un composé apte, en phase gazeuse, à réagir avec l'ozone pour former des radicaux libres. La concentration de ce composé additionnel dans la solution aqueuse sera alors généralement peu élevée afin qu'à l'état gazeux la pression partielle du composé soit suffisamment faible.

En utilisant le barbotage, on peut réaliser le mélange gazeux en continu au cours d'une étape parallèle à l'étape d'imprégnation. Le mélange gazeux chimiquement actif est donc directement introduit dans la chambre d'imprégnation à sa sortie de l'enceinte de barbotage.

De préférence, on fait en sorte que, dans le mélange gazeux, la pression partielle d'ozone soit comprise entre 60% et 90% de la pression totale du mélange et que la pression partielle de vapeur d'eau soit comprise entre 10% et 40% de cette pression totale. Globalement, l'ozone est donc l'élément prépondérant dans le mélange gazeux, ce qui permet de faire en sorte que la pression de condensation de ce mélange soit nettement supérieure à celle de l'eau et, a fortiori, à celle du peroxyde d'hydrogène.

Lorsqu'on utilise un composé gazeux additionnel du type précité, on peut, pour une pression partielle d'ozone restant dans la plage précitée, choisir de maintenir la pression partielle du composé gazeux dans une plage de 2% à 20% de la pression totale.

L'invention sera bien comprise et ses avantages apparaîtront mieux à la lecture de la description détaillée qui suit, de modes de réalisation représentés à titre d'exemples non limitatifs.

La description se réfère aux dessins annexés sur lesquels :

– la Figure 1 est une vue schématique d'une installation permettant de mettre en oeuvre le procédé selon l'invention,

– la Figure 2 est une courbe illustrant l'évolution de la pression à l'intérieur de la chambre de traitement au cours du procédé, et

– les Figures 3 et 4 sont des vues schématiques montrant partiellement certaines parties de l'installation, selon des variantes.

5 L'installation de la Figure 1 comprend une chambre de traitement 10 dans laquelle peuvent être placés des échantillons à stériliser, par exemple dans des paniers 12 répartis sur plusieurs niveaux, en étant par exemple supportés par des étagères ou des glissières. De manière classique, la porte de cette chambre peut être munie d'un hublot de visualisation et d'un 10 système de fermeture à sécurité (non représentés).

Dans toute la description qui suit, le sens de l'amont vers l'aval est celui qui, pour les différentes conduites, va vers la chambre 10.

15 L'espace interne de la chambre est raccordé par une conduite 14 à une pompe 16 dont l'action permet de diminuer la pression dans la chambre. Plus précisément, une vanne d'isolement 18, un piège à condensats 20, et un filtre à huile 22 sont successivement disposés sur la conduite 14 entre la chambre 10 et la pompe 16. Dans le piège à condensats 20, on diminue la température 20 des gaz aspirés à partir de la chambre 10, pour condenser la vapeur d'eau que contiennent ces gaz et éviter ainsi de saturer la pompe avec cette vapeur d'eau. Le piège à condensats peut être purgé au moyen d'une vanne 24 disposée sur une conduite de purge 26.

La vanne d'isolement 18 sert à isoler la chambre 10 de la pompe 16. Il existe toutefois une possibilité d'éviter cette vanne à l'aide d'une conduite de dérivation 28 qui est raccordée à la conduite 14 au point P28 situé directement à la sortie de la chambre et au point P28' situé directement en amont du piège à condensats 20. Cette conduite 28 est équipée d'une vanne 30 susceptible d'être commandée à l'aide d'un système de commande 32 comprenant une jauge de pression. Cette jauge est placée sur une conduite de dérivation 34 et permet ainsi de mesurer la pression en amont de la vanne 30. La pression mesurée est également celle qui règne dans la chambre de traitement 10.

35 Si la pression mesurée est supérieure à une valeur prédéterminée, le système de commande 32 ouvre la vanne 30 de sorte que l'excès de pression passe dans la conduite 28 en shuntant la vanne d'isolement 18 et se déverse dans la conduite 14 en aval de cette vanne pour être aspiré, à travers le filtre à huile, par la pompe 16.

En aval de cette pompe est disposé un destructeur d'ozone 38. En général, ce destructeur comporte essentiellement des moyens de chauffage qui, l'ozone étant instable, transforment l'ozone en oxygène. En aval du destructeur d'ozone 38, la conduite 14 s'ouvre dans l'atmosphère.

5 Outre la conduite d'aspiration 14, l'installation comporte une conduite d'injection 40. Par exemple, dans la région de son entrée dans la chambre, cette conduite se divise en plusieurs branches d'injecteurs 40A, 40B et 40C qui diffusent la substance injectée à l'intérieur de la chambre 10. Dans l'exemple représenté très schématiquement sur la Figure 1, la conduite 40  
10 sert dans un premier temps à injecter le mélange gazeux comprenant de l'ozone gazeux et de la vapeur d'eau pour réaliser l'étape d'imprégnation puis, à l'issue du procédé de stérilisation, à remettre la chambre de traitement à la pression atmosphérique. En effet, en amont des injecteurs, la conduite 40 présente un noeud P44 auquel se raccordent deux conduites  
15 d'injection, respectivement 48 et 94. La conduite 48 sert à véhiculer le mélange d'ozone gazeux et de vapeur d'eau. Dans le mode de réalisation préférentiel représenté, ce mélange est réalisé par barbotage d'ozone gazeux dans une solution aqueuse contenue dans une enceinte 50. Plus précisément,  
20 l'installation comporte un réservoir d'oxygène 52 qui, par une conduite 54, est successivement raccordé à un régulateur de débit 56 et à un ozoneur 58. L'ozoneur est en soi un dispositif connu qui transforme l'oxygène en ozone.

La pression dans la conduite 54 est régulée par un régulateur de pression comprenant un capteur de pression 60 et une vanne 62. En aval de ce régulateur de pression, une conduite de délestage 64 est raccordée à la  
25 conduite 54 par un noeud P64. Sur la conduite de délestage se trouve une vanne commandée 66 au moyen de laquelle l'ozone en excès peut être rejeté dans l'atmosphère après son passage par un destructeur d'ozone 38' qui peut être un dispositif séparé ou, directement, le destructeur d'ozone 38 précédemment évoqué.

30 En aval du noeud P64, une conduite 68 est raccordée à la conduite 54 par un noeud P68. Cette conduite véhicule l'ozone gazeux pris sur la conduite 54 dans l'enceinte 50, dans laquelle elle est reliée à un bulleur 70 immergé dans la solution aqueuse 72. Une vanne commandée 74 est disposée sur la conduite 68 pour permettre ou empêcher l'injection d'ozone dans l'enceinte 50. Dans cette dernière, un espace libre 76, dans lequel prend la conduite 48, subsiste au-dessus du niveau de la solution aqueuse. Le gaz  
35

ozone entraîne avec lui l'eau sous forme gazeuse et, éventuellement, le ou les composés additionnels également sous forme gazeuse en débouchant dans l'espace 76, espace dans lequel est donc réalisé le mélange gazeux à base d'ozone et de vapeur d'eau. Pour contrôler la formation de la vapeur 5 issue de la solution aqueuse, des moyens de chauffage tels qu'une résistance 78 commandée par un thermostat (non représenté) sont disposés dans la paroi de l'enceinte 50. Un détecteur 73 du niveau de la solution aqueuse est disposé dans l'enceinte. Cette dernière est raccordée à une canalisation d'alimentation en solution aqueuse et à un système de vidage (non 10 représentés). Au sortir de l'enceinte 50, la conduite 48 comporte un régulateur de pression comprenant un capteur de pression 82 et une vanne 84. En aval de ce régulateur se trouve une vanne d'arrêt 80 qui peut être fermée pour empêcher l'injection du mélange gazeux dans la conduite 40. Ainsi, lorsque les vannes 74 et 80, de même qu'une vanne supplémentaire 86 15 disposée en aval du noeud P44, sont ouvertes, le mélange gazeux comprenant de l'ozone gazeux et de la vapeur d'eau peut être injecté dans la chambre de traitement 10.

Une conduite additionnelle 54' est disposée directement entre les noeuds P68 et P44 pour, si nécessaire, court-circuiter les conduites 68 et 48. 20 Sur cette conduite 54' est disposée une vanne commandée 55. Grâce à cette disposition, si la pression mesurée dans la chambre 10 lors de l'étape d'imprégnation devient insuffisante, il suffit d'ouvrir la vanne 55 pour injecter directement l'ozone gazeux dans la conduite 40. Dans ce cas, l'ozone gazeux s'ajoute au mélange gazeux issu du barbotage contenu dans la 25 chambre.

Bien entendu, l'ouverture de cette vanne, mais également celle des autres vannes, peut être gérée automatiquement sur la base des informations transmises par divers capteurs équipant l'installation. L'ouverture et la fermeture des différentes vannes qui permettent successivement le vidage de 30 la chambre, la réalisation et l'injection du mélange gazeux, puis l'injection du plasma, peuvent être programmées, par exemple à l'aide d'une horloge, ou être gérées électroniquement. Il peut en aller de même pour la mise en marche et l'arrêt des différents composants de l'installation, par exemple l'ozoneur ou la pompe. En outre, un capteur vérifiant la bonne fermeture de 35 la chambre de traitement peut être mis en place et ne permettre le pompage ou l'injection dans la chambre que lorsque la fermeture est correcte.

Dans l'exemple de la Figure 1, le plasma gazeux est réalisé à l'extérieur de la chambre 10. Plus précisément, une enceinte 110 de volume donné est raccordée à la chambre 10 par un passage de connexion 187 pouvant être ouvert ou fermé à l'aide d'une vanne commandée 185.

Le plasma gazeux est généré de la façon suivante : à partir d'un réservoir 88 raccordé à l'enceinte 110 par une conduite 46, on injecte un gaz plasmagène dans cette enceinte en ouvrant une vanne commandée 92 placée sur la conduite 46. Lorsqu'une quantité suffisante de gaz a été injectée ou qu'une pression suffisante est atteinte dans l'enceinte 110 (initialement pratiquement vide : il suffit en effet d'utiliser la pompe 16 à l'état ouvert de la vanne 185 pour vider en même temps l'enceinte 110 et la chambre 10), on ferme la vanne 92. Ce gaz est excité en plasma en le soumettant à l'action d'ondes électromagnétiques générées dans un générateur 90 raccordé à l'enceinte en 91.

Lorsque le plasma est obtenu ou, tout au moins, lorsque le gaz est suffisamment ionisé, on ouvre la vanne 185 pour le diffuser dans la chambre 10. Pour obtenir une diffusion homogène, un répartiteur 151, par exemple constitué par une grille en téflon, peut être placé dans la chambre 10, immédiatement en aval du passage de connexion 187.

Il s'agit d'un traitement "post-décharge", c'est-à-dire que le plasma est généré en dehors de la chambre 10 et qu'il est introduit en une seule fois dans cette dernière plutôt que, comme dans un traitement "dans la décharge", par injection et aspiration concomitantes en continu.

Le générateur 90 peut être choisi de manière à générer des ondes électromagnétiques de fréquence souhaitée, dans le spectre allant des basses fréquences aux hyperfréquences.

La figure 1 montre encore une conduite d'injection d'air 94 qui est raccordée au noeud P44 et permet, lorsque la vanne 86 est ouverte, tandis que les vannes 18, 80 et 92 (et éventuellement la vanne 185) sont fermées, d'injecter de l'air dans la chambre 10 pour la remettre en pression. Cette remise en pression se fait généralement à la fin de la stérilisation, avant d'ouvrir la chambre 10 pour en retirer les échantillons stérilisés. Pour éviter toute contamination nouvelle à cette occasion, un filtre à bactéries 96 est disposé sur la conduite 94. L'injection de l'air est commandée au moyen d'une vanne commandée 98 disposée entre le filtre 96 et le noeud P44 sur la conduite 94.

L'installation représentée sur la Figure 1 permet de mettre en oeuvre le procédé de stérilisation objet de l'invention, dont le cycle d'évolution des pressions à l'intérieur de la chambre de traitement 10 est représenté sur la Figure 2. La première étape du procédé consiste à introduire dans la chambre de traitement un ou plusieurs échantillons à stériliser, cette chambre étant alors évidemment sensiblement à la pression atmosphérique. L'étape suivante consiste, jusqu'au temps  $T_1$ , à diminuer la pression dans la chambre 10 jusqu'à atteindre une première pression de seuil  $P_{s1}$  prédéterminée. En fait, on réalise pratiquement le vide dans la chambre 10 et la première pression de seuil est généralement comprise entre 0,1 Torr et 10 Torr, de préférence entre 0,1 Torr et 1 Torr (dans la suite du présent document, on exprimera le plus souvent les valeurs des pressions en Torr, qui est l'unité de mesure la plus couramment utilisée dans le domaine technique de l'invention ; 1 Torr vaut  $1,333 \cdot 10^2$  Pa). Cette étape de vidage est réalisée grâce à la pompe 16, la vanne 18 étant à l'état ouvert.

L'étape suivante consiste, jusqu'au temps  $T_2$ , à injecter dans la chambre de traitement 10 le mélange gazeux comprenant de l'ozone et de la vapeur d'eau, mélange qui joue le rôle d'un agent chimique de décontamination. Pour cette étape, la vanne 18 est fermée, tandis que les vannes 86, 80 et 74 sont ouvertes, les vannes 92, 98 et 185 étant fermées.

Ensuite, on réalise l'étape d'imprégnation en maintenant l'atmosphère de la chambre sensiblement à la pression  $P_{s3}$ , pression d'imprégnation, jusqu'au temps  $T_3$ . Pour mener à bien cette étape, on peut soit isoler la chambre en fermant toutes les vannes et en laissant le mélange gazeux agir à l'intérieur de cette chambre, soit continuer d'injecter en continu le mélange gazeux selon un débit déterminé, tout en pompant en continu le même débit par la conduite 14. Il faut ici noter qu'un répartiteur de pompage 11 analogue au répartiteur de diffusion 151 peut être disposé dans la chambre 10 au voisinage de son raccordement à la conduite 14, pour réaliser le pompage de façon homogène.

Le laps de temps  $T_3 - T_2$  que dure l'étape d'imprégnation est prédéterminé de manière convenable.

A la fin de l'étape d'imprégnation, on diminue la pression dans la chambre jusqu'à atteindre une deuxième pression de seuil  $P_{s2}$ . Pour ce faire, il suffit de fermer la vanne 86 et, éventuellement, les vannes 74, 80 et 55, en

aspirant le gaz contenu dans la chambre par la pompe 16, la vanne 18 étant à l'état ouvert.

On injecte ensuite le plasma gazeux en maintenant l'atmosphère de la chambre à la deuxième pression de seuil Ps2. Pour ce faire, on procède de la 5 façon précédemment indiquée.

Sur la Figure 2, l'étape de traitement complémentaire par plasma gazeux s'écoule entre les temps T4 et T5. Le laps de temps T5 - T4 est prédéterminé de manière convenable. Il est toutefois possible de commencer l'injection du plasma gazeux dès le temps T3 en faisant en sorte que, 10 jusqu'au temps T4, le débit d'aspiration de la pompe soit supérieur au débit de plasma injecté et qu'entre les temps T4 et T5, ces deux débits soient sensiblement égaux.

La pression d'imprégnation Ps3 peut être relativement élevée par rapport aux pressions qu'il est possible d'atteindre en utilisant du peroxyde 15 d'hydrogène comme agent chimique de décontamination et peut même être voisine de la pression atmosphérique de 760 Torr. Cette pression Ps3 est généralement comprise entre 150 et 500 Torr. Globalement, la différence entre la pression d'imprégnation Ps3 et la première pression de seuil Ps1 est au moins sensiblement égale à 100 Torr. En revanche, la deuxième pression 20 de seuil Ps2 à laquelle on maintient l'atmosphère de plasma gazeux dans la chambre, est nettement inférieure à Ps3 et est généralement tout au plus de l'ordre de quelques Torr ; elle est globalement comprise entre 0,05 Torr et 1 Torr, de préférence entre 0,1 Torr et 0,5 Torr (bien que, sur la figure 2, Ps2 soit supérieure à Ps1, ceci n'est pas toujours le cas). L'injection successive 25 du mélange gazeux jouant le rôle d'un agent chimique de décontamination et du plasma gazeux provoque un effet de synergie qui permet d'obtenir des résultats de stérilisation extrêmement élevés, c'est-à-dire des probabilités de présence de bactéries ou autres contaminants très faibles. La présence d'un composé additionnel ayant des propriétés oxydantes ou apte à jouer le 30 rôle d'un initiateur de radicaux libres en réagissant avec l'ozone peut si nécessaire, en augmentant la quantité de radicaux libres, renforcer encore l'efficacité du mélange gazeux au cours de l'étape d'imprégnation.

Selon les cas, on peut réaliser successivement plusieurs cycles comprenant une étape d'imprégnation et une étape de traitement par plasma.

35 On a indiqué précédemment que le fait d'utiliser comme agent chimique de décontamination le mélange gazeux à base d'ozone et de vapeur

d'eau permet de réaliser l'étape d'imprégnation à une pression d'imprégnation relativement élevée. Pour éviter la condensation du mélange gazeux à l'intérieur de la chambre, un système de régulation de la température de la chambre comprenant des moyens de chauffage commandés (non représentés) peut être prévu. Par ailleurs, la pression de condensation en phase liquide du mélange gazeux dépend évidemment des pressions partielles d'ozone et de vapeur d'eau (et éventuellement de celle du composé additionnel) dans ce mélange. C'est pourquoi, lors de la réalisation du mélange, on ajuste les pressions partielles de ses composants en contrôlant la température de l'enceinte 50 grâce à la présence des moyens de chauffage 78 et en contrôlant la pression de délivrance de l'ozone gazeux dans l'eau liquide grâce au régulateur de pression 60, 62 et à la conduite de délestage 64. Il faut noter que la conduite 54' peut être utilisée non seulement pour éléver rapidement la pression à l'intérieur de la chambre mais également pour augmenter rapidement la pression partielle d'ozone présent dans le mélange gazeux de manière à en éviter la condensation.

Avantageusement, on maintient dans le mélange gazeux injecté dans la chambre de traitement 10 une pression partielle d'ozone comprise entre 60% et 90% de la pression totale du mélange et une pression partielle de vapeur d'eau comprise entre 10% et 40% de cette pression totale. La pression dans l'espace 76 de l'enceinte 50 est généralement comprise entre 370 Torr et 900 Torr, de préférence de l'ordre de 750 Torr.

Différents types de gaz plasmagènes peuvent être utilisés selon les applications souhaitées. Par exemple, on pourra choisir d'utiliser tout simplement de l'air, de l'oxygène, de l'hydrogène, de l'argon ou encore de l'hélium. De manière connue en soi, le fait d'exciter un tel gaz par des charges électriques ou par des ondes électromagnétiques a un effet d'ionisation presque totale du gaz, de sorte que le plasma, bien qu'étant globalement chimiquement neutre, comprend pratiquement uniquement des espèces électriquement chargées, en particulier des ions positifs et des électrons. Par extension, on appellera plasma un gaz fortement ionisé. On sait qu'un plasma a un effet de stérilisation et tend à détruire les micro-organismes qui se trouvent à son contact. Par ailleurs, le plasma étant injecté ou produit dans la chambre de traitement après l'étape de traitement par le mélange gazeux d'ozone et de vapeur d'eau, ce plasma tend également à détruire les éventuels résidus d'ozone sur le ou les échantillons à stériliser.

- Le gaz sortant du réservoir 88 de la Figure 1 peut être excité en plasma par exemple par des micro-ondes qui présentent l'avantage de permettre une forte ionisation du gaz. On rappelle que les ondes hyperfréquence ou les micro-ondes sont des ondes électromagnétiques dont 5 la fréquence est globalement comprise entre 0,3 GHz et 300 GHz, et plus particulièrement dans la bande de 0,3 GHz à 5,2 GHz. Si l'on choisit de telles ondes, l'exciteur 91 comprend une cavité d'application de micro-ondes ou un guide d'onde, auquel est associé un générateur de micro-ondes 90.
- 10 Selon les applications recherchées, on peut toutefois générer le plasma à partir d'autres types d'ondes, telles que des ondes radiofréquence de l'ordre de la centaine de MHz. De même, selon les applications, on peut choisir un traitement par plasma "dans la décharge", particulièrement adapté pour les petits volumes traités, ou un traitement dit "post-décharge" du type 15 précédemment décrit. Selon les applications et les fréquences d'excitation choisies, la puissance mise en oeuvre pour générer le plasma varie de quelques W/m<sup>3</sup> à 2 kW/m<sup>3</sup>.

La Figure 3 montre une possibilité de réaliser le traitement par 20 plasma dans la décharge. En effet, on voit que des injecteurs 240A, 240B et 240C traversent la paroi de la chambre de traitement 210 par des passages blindés 241. Ces injecteurs sont directement reliés à une cavité guide d'onde 190, dans laquelle un gaz plasmagène peut être introduit par une tubulure d'introduction 193. La cavité 190 est couplée à un générateur de micro-ondes 191 qui excite en plasma le gaz introduit par l'ouverture 193. Dans le 25 cas de la Figure 3, on peut prévoir des injecteurs séparés pour le plasma et pour le mélange gazeux à base d'ozone et de vapeur d'eau servant au traitement chimique. On peut également, au cours des étapes d'injection de ce mélange gazeux et de remise en pression de la chambre, faire transiter le 30 mélange gazeux ou l'air ambiant par la cavité guide d'onde 190 sans activer le générateur de micro-ondes 191, de manière à utiliser la cavité guide d'onde comme une simple conduite.

La Figure 4 montre encore une autre variante de traitement dans la 35 décharge, dans laquelle des injecteurs jouant également le rôle d'électrodes (ils sont constitués par des tubes creux en matériau approprié) 340A, 340B et 340C passent à travers la paroi de la chambre 310. Ces injecteurs sont raccordés à une conduite principale commune 340, qui comporte un tronçon

protégé par un tube diélectrique 341. Le gaz plasmagène transite par ce tube au sortir duquel il est excité par polarisation des "injecteurs électrodes" à l'aide d'un générateur de haute tension 343 qui peut par exemple appliquer un courant continu ou des ondes électromagnétiques basse ou haute fréquence. Comme pour la Figure 3, le système d'injection de la Figure 4 peut être associé à un système d'injection séparé pour le mélange gazeux servant au traitement chimique ou servir également à l'injection de ce mélange gazeux lorsque le générateur 343 n'est pas activé.

Il existe encore une autre possibilité de traitement dans la décharge qui n'est pas représentée ici, et qui consiste à directement placer le système d'excitation du gaz dans la chambre de traitement, par exemple sous la forme d'une antenne de diffusion d'ondes électromagnétiques, par exemple des micro-ondes. Dans ce cas, le gaz plasmagène peut être injecté par les mêmes injecteurs que le mélange gazeux servant au traitement chimique tandis que le système d'excitation de ce gaz n'est activé que pour la phase de traitement complémentaire par plasma.

Quel que soit le mode de traitement complémentaire par plasma choisi, les échantillons à traiter sont avantageusement conditionnés dans des sachets de stérilisation, par exemple des sachets en polymères tels que ceux qui sont commercialisés sous la marque "TYVEK®" dont la porosité laisse passer les espèces de traitement chimique comprises dans le mélange gazeux d'ozone et de vapeur d'eau, ainsi que les espèces du plasma gazeux, mais, après la stérilisation, ne permet pas l'entrée d'air, ce qui évite une nouvelle contamination des échantillons traités.

On décrit maintenant succinctement, un exemple de mise en oeuvre du procédé conforme à l'invention.

Pour cet exemple, on a utilisé une chambre de traitement d'un volume de 25 litres, dans laquelle on a placé des bandelettes imprégnées de micro-organismes sporulés, ces bandelettes étant elles-mêmes enfermées dans des sachets tels que ceux qui sont commercialisés sous les marques "TYVEK®" ou "RAYSOP ®".

On a ensuite prévidé la chambre de traitement jusqu'à une première pression de seuil Ps1 de 0,3 Torr. Pour réaliser le mélange gazeux, on a obtenu de l'ozone gazeux par un ozoneur à 90 g/m<sup>3</sup> et on injecté ce gaz dans un barboteur contenant de l'eau à température ambiante. Lorsque l'atmosphère au-dessus du niveau de l'eau s'est trouvée saturée en mélange

gazeux, on a commencé à injecter ce mélange dans la chambre de traitement, tout en continuant à injecter l'ozone gazeux dans le barboteur pour maintenir son atmosphère sensiblement à la pression atmosphérique.

5 L'étape d'injection et d'imprégnation a duré au total environ 15 minutes dont les cinq dernières ont été dévolues à l'imprégnation en maintenant l'atmosphère gazeuse à l'intérieur de la chambre de traitement à une pression d'imprégnation Ps3 de l'ordre de 750 Torr.

10 On a ensuite pompé le gaz contenu dans la chambre jusqu'à atteindre une deuxième pression de seuil Ps2 de 1,5 Torr. L'étape de traitement complémentaire par plasma a duré 5 minutes, le plasma ayant été réalisé à partir du gaz résiduel dans la chambre excité par des micro-ondes dont la puissance était de 200W.

15 La durée totale du procédé, incluant le vidage de la chambre entre l'imprégnation et le traitement par plasma a été de 30 minutes. Cette durée a été suffisante pour diviser par  $10^8$  la probabilité de présence des germes sporulés sur les bandelettes.

## REVENDICATIONS

1. Procédé de stérilisation d'un échantillon comprenant au moins un cycle d'étapes dans lesquelles :
  - 5 - on place un échantillon (12) à stériliser dans une chambre de traitement (10) sensiblement à la pression atmosphérique,
  - on diminue la pression dans la chambre de traitement (10) jusqu'à atteindre une première pression de seuil ( $Ps_1$ ),
  - on réalise une étape d'injection en injectant dans ladite chambre un gaz comprenant un agent chimique de décontamination,
  - 10 - on réalise une étape d'imprégnation en maintenant l'atmosphère de la chambre sensiblement à une pression ( $Ps_3$ ) dite "d'imprégnation", supérieure à la première pression de seuil pendant un premier laps de temps déterminé ( $T_2, T_3$ ),
  - 15 - on diminue la pression dans la chambre (10) jusqu'à atteindre une deuxième pression de seuil ( $Ps_2$ ),
  - on réalise une étape de traitement complémentaire par plasma en créant dans la chambre une atmosphère de plasma gazeux et en maintenant cette atmosphère pendant un deuxième laps de temps déterminé ( $T_4, T_5$ ),
- 20 caractérisé en ce que l'on réalise les étapes d'injection et d'imprégnation en utilisant un mélange gazeux comprenant de l'ozone gazeux et de la vapeur d'eau.
2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce que l'on réalise le mélange gazeux par barbotage d'ozone gazeux dans une solution aqueuse (72) contenue dans une enceinte (50) et en ce que l'on injecte ce mélange dans la chambre par une conduite (48, 44, 40) raccordée à la partie supérieure de l'enceinte au-dessus du niveau de ladite solution aqueuse.
3. Procédé selon la revendication 2, caractérisé en ce que l'on ajuste les pressions partielles des espèces contenues dans le mélange gazeux au-dessus du niveau de la solution aqueuse (72) en contrôlant la température de l'enceinte (50) et la pression de délivrance de l'ozone gazeux dans ladite solution aqueuse.
4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que l'on maintient dans le mélange gazeux injecté dans la chambre de traitement une pression partielle d'ozone comprise entre 60% et 90% de la

pression totale du mélange et une pression partielle de vapeur d'eau comprise entre 10% et 40% de ladite pression totale.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que, au cours de l'étape d'injection, outre le mélange gazeux, on injecte directement (54') de l'ozone gazeux dans la chambre de traitement (10).

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que, au cours de l'étape d'imprégnation, on contrôle la température dans la chambre (10) pour maintenir son atmosphère à l'état gazeux.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que la différence entre la pression d'imprégnation (Ps3) et la première pression de seuil (Ps1) est au moins sensiblement égale à 100 Torr.

15. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on réalise l'étape de traitement complémentaire par plasma en injectant un gaz plasmagène dans une enceinte (110), en excitant ce gaz à l'aide d'un générateur d'ondes électromagnétiques (90) raccordé (91) à l'enceinte et en faisant communiquer cette enceinte avec la chambre de traitement (10) pour faire pénétrer le plasma dans cette dernière.

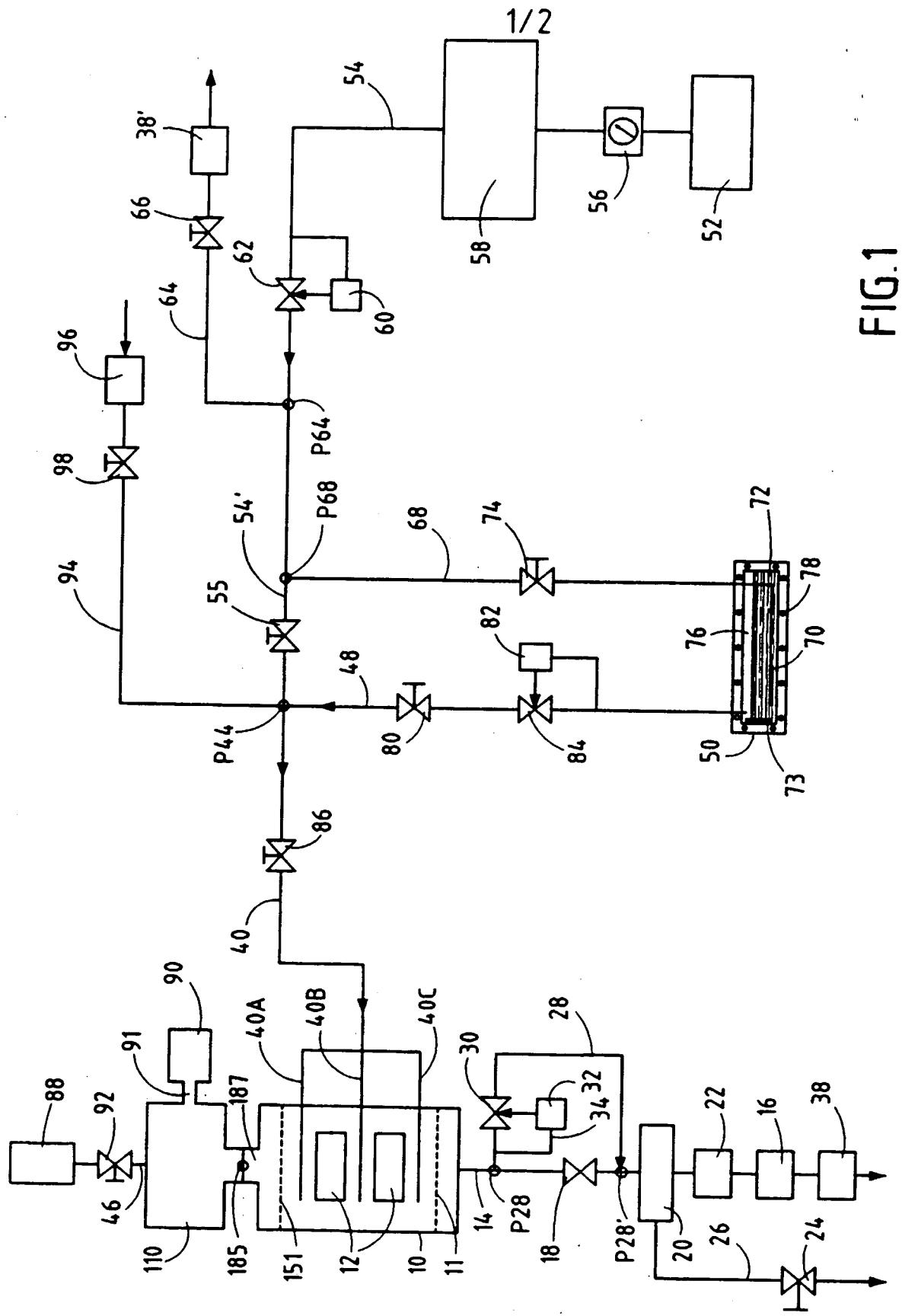
20. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que l'on réalise l'étape de traitement complémentaire par plasma en raccordant la chambre de traitement (10) à un boîtier applicateur d'ondes électromagnétiques par au moins un injecteur (240A, 240B, 240C), en faisant transiter un gaz plasmagène par ce boîtier dans lequel il est excité en plasma gazeux, en injectant en continu le plasma gazeux dans la chambre de traitement par ledit injecteur, et en pompant en continu l'atmosphère de la chambre de traitement de manière à conserver dans cette dernière une pression de plasma gazeux sensiblement constante.

25. Procédé selon l'une quelconque des revendications 8 et 9, caractérisé en ce que les ondes électromagnétiques sont des micro-ondes.

30. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que le mélange gazeux comprend, outre l'ozone gazeux et la vapeur d'eau, au moins un composé gazeux ayant des propriétés oxydantes et/ou un composé apte à réagir avec l'ozone pour former des radicaux libres.

35. Procédé selon les revendications 2 et 11, caractérisé en ce que l'on réalise le mélange gazeux par barbotage d'ozone gazeux dans une solution aqueuse contenant au moins un composé ayant des propriétés oxydantes

et/ou un composé apte, en phase gazeuse, à réagir avec l'ozone pour former des radicaux libres.



2/2

FIG.2

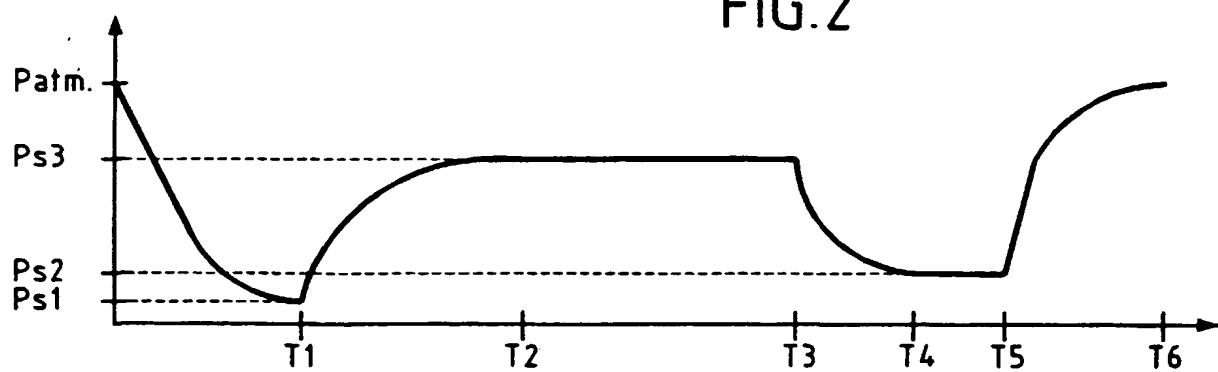


FIG.3

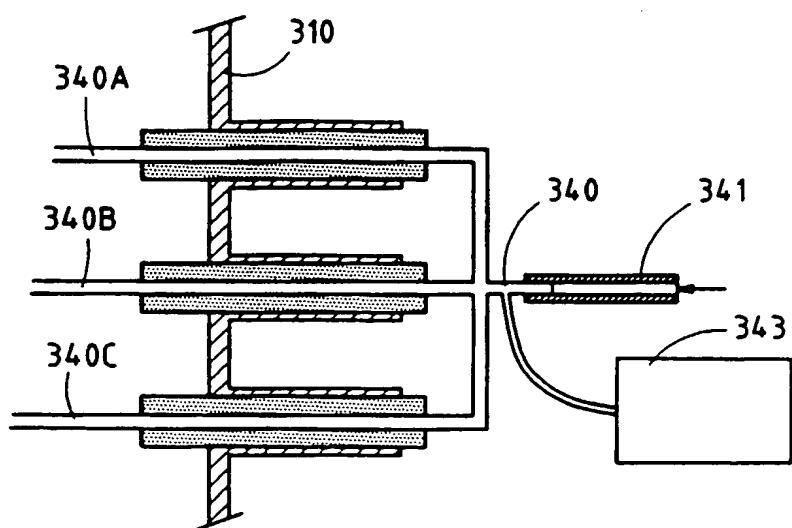
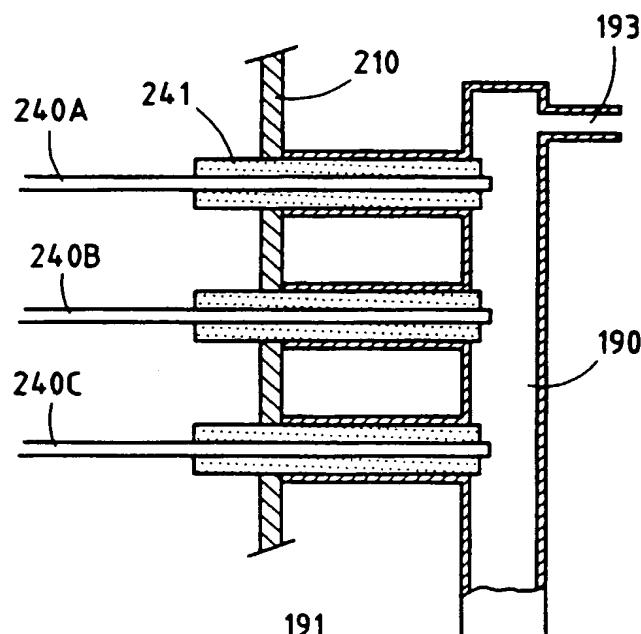


FIG.4

INSTITUT NATIONAL  
de la  
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE  
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications  
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement  
national

FA 538813  
FR 9701729

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
A	WO 96 21473 A (GRAVES CLINTON G ;GRAVES CLINTON G II (US)) * page 3, ligne 20 - page 5, ligne 2 * * page 8, ligne 26 - page 9, ligne 18 * ---	1-12
A	FR 2 654 000 A (DEFITECH SA) * page 12, ligne 15 - ligne 27 * ---	1-12
A	US 5 236 512 A (ROGERS ERNEST E ET AL) -----	
DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)		
A61L		
1	Date d'achèvement de la recherche	Examinateur
EPO FORM 1503 03/92 (PNAC13)	5 novembre 1997	Cousins-Van Steen, G
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		
X : particulièrement pertinent à lui seul	T : théorie ou principe à la base de l'invention	
Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie	E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure.	
A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général	D : cité dans la demande	
O : divulgation non-écrite	L : cité pour d'autres raisons	
P : document intercalaire	& : membre de la même famille, document correspondant	